



Procédé pour la production de masses moulées.

Société dite : I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT résidant en Allemagne.

Demandé le 22 avril 1942, à 13^h 16^m, à Paris.

Délivré le 1^{er} novembre 1950. — Publié le 20 mars 1951.

(Brevet d'invention dont la délivrance a été ajournée en exécution de l'article 11, § 7, de la loi du 5 juillet 1844 modifiée par la loi du 7 avril 1902.)

(Priorité de la demande de brevet J 68.452 IV c/39 b, déposée en Allemagne le 13 décembre 1940.)

La présente invention se réfère à des améliorations dans la production de masses moulées à partir de substances à poids moléculaire élevé contenant de l'halogène qu'on peut traiter à chaud et sous pression, soit comme telles, soit après l'incorporation d'amollissants, par exemple d'après le procédé de moulage en moule, à la presse ou par extrusion. Lesdites matières montrent, lors du traitement suivant ces procédés, un changement indésirable de couleur qui est en général d'autant plus fort que la température du traitement est plus élevée. Cette coloration plus foncée est désagréable surtout lors de la production de matières non teintées ou de couleur claire. En particulier, le comportement décrit de ces matières exige un traitement à chaud et sous pression à des températures les plus basses possibles qui, d'autre part, sont nuisibles à leur capacité d'être travaillées.

On a déjà proposé d'incorporer aux composés de ce genre contenant de l'halogène des dérivés d'oxyde d'éthylène pour les stabiliser. Il s'ensuit de la présence de ces stabilisateurs que de l'acide chlorhydrique éventuellement séparé est combiné immédiatement sans révéler sa présence à l'extérieur. Malgré cela, on ne peut pas empêcher par ces stabilisateurs le changement de couleur décrit indésirable aux températures plus élevées.

Or, la demanderesse a trouvé qu'on peut remédier facilement auxdites difficultés en effectuant le traitement desdites matières à chaud et sous pression en présence de petites quantités d'hydrazine mono- ou diacylées. Des agents appropriés de ce genre sont par exemple les mono- ou dihydrazides de l'acide adipique, de l'acide méthyladipique, de l'acide sébacique, de l'acide thiodipropionique, de l'acide laurique ou de l'acide phtalique. Des exemples pour des matières à poids moléculaire élevé contenant de l'halogène qu'on peut mouler à chaud sont les polymérisés du chlorure vinylique

(éventuellement en présence d'amollissants), des polymérisés mixtes du chlorure vinylique avec d'autres matières polymérisables, telles que les esters de l'acide vinylique ou acrylique, des polymérisés du 2-chlorobutadiène ainsi que des polymérisés simples ou mixtes du dichloroéthylène asymétrique et en outre des produits de chloruration du polyisobutylène. Lesdits stabilisateurs sont déjà efficaces en quantités si petites que la capacité d'être travaillées des substances contenant de l'halogène n'en souffre pas. En particulier, les substances contenant de l'halogène deviennent stables par ces mélanges aussi à des températures élevées, de sorte qu'on ne doit plus effectuer le traitement à des températures les plus basses possibles. Il convient d'incorporer lesdits agents auxiliaires aux composés contenant de l'halogène dans une des premières phases du traitement. On produit les mélanges de composés contenant de l'halogène avec des amollissants, des solvants et, le cas échéant, avec des matières de remplissage, des pigments, des colorants, etc., qui sont nécessaires pour la compression ou l'extrusion en général d'abord sur le pétrisseur ou sur une autre machine à mélanger. Il convient d'ajouter les matières auxiliaires suivant l'invention déjà tout d'abord lors du traitement sur le pétrisseur pour qu'il n'y ait pas de changement de couleur dans cette opération.

L'effet des stabilisateurs suivant la présente invention est particulièrement favorable lorsqu'on opère en même temps en présence de composés contenant des groupes d'oxyde d'éthylène, tels qu'ils sont décrits dans le brevet allemand n° 611.830. Dans ce cas, on obtient, lors du traitement, des masses d'une couleur encore plus claire.

Souvent, les hydrazides employés suivant la présente invention sont seulement incomplètement solubles dans les substances à poids moléculaire élevé contenant de l'halogène qui sont aptes à être

moulées. Pour autant qu'ils sont encore basiques, on peut les employer aussi sous forme de leurs sels tels que par exemple le phtalate ou le laurate. Il convient d'opérer dans quelques cas en présence de solubilisants lorsqu'on veut obtenir des matières claires et transparentes.

La présente invention est encore illustrée par les exemples suivants qui n'ont d'ailleurs aucun caractère limitatif, les parties y indiquées se rapportant aux poids :

Exemple 1. — On traite 100 parties de chlorure polyvinyle avec l'addition de 1,6 partie d'oxyde de phénoxypropène, 0,55 partie de dihydrazide de l'acide méthyladipique et 0,55 partie d'acide phtalique pendant peu de temps dans un broyeur à boulets. Le traitement ultérieur de ce mélange a lieu sur un cylindre mélangeur à des températures comprises entre 140 et 170° C pour l'homogénéiser. On presse alors la nappe incolore ainsi obtenue sur une presse à des températures comprises entre 160 et 175° C. La masse fournit, lors du pressage, des pièces pressées incolores ou pratiquement incolores d'une bonne transparence.

Exemple 2. — On traite 100 parties de chlorure polyvinyle avec l'addition de 2 parties d'oxyde de phénoxypropène et 0,6 partie de dihydrazide de l'acide thiodipropionique pendant peu de temps dans un broyeur à boulets. Puis, on homogénéise le tout sur un cylindre mélangeur à des températures comprises entre 140 et 170° C. On obtient une nappe incolore qu'on presse de la manière habituelle sur une presse à des températures comprises entre 160 et 175° C. Les pièces pressées sont caractérisées par un extérieur incolore ou par une couleur claire et par une bonne transparence.

Exemple 3. — On traite 100 parties de chlorure polyvinyle avec l'addition de 1,8 partie d'oxyde de phénoxypropène, 0,8 partie d'hydrazide d'acide laurique et 0,65 partie d'acide phtalique pendant peu de temps dans un broyeur à boulets. Puis, on homogénéise ce mélange pendant peu de temps à 150-160° C sur le cylindre mélangeur. La nappe est de couleur claire. Son traitement ultérieur a lieu sur une presse à des températures comprises entre 160 et 175° C. Les pièces pressées sont de couleur claire. Elles se distinguent en ce qu'un pressage à températures élevées ne cause pratiquement pas de rembrunissement.

Exemple 4. — On traite 100 parties d'un polymérisé mixte obtenu à partir de 80 parties de chlorure polyvinyle et 20 parties de l'ester méthy-

lique de l'acide polyacrylique avec 2 parties d'oxyde de phénoxypropène et 0,6 partie de dihydrazide de l'acide adipique pendant peu de temps dans un broyeur à boulets. Puis, on homogénéise ce mélange sur le cylindre mélangeur à 100-120° C. La nappe est de couleur claire et transparente. Lors du traitement ultérieur sur la presse, on obtient des pièces pressées qui sont caractérisées par une très bonne transparence et par un extérieur incolore. Cette masse pressée se distingue, en outre, par ce qu'elle montre aussi, lors du passage à des températures au-dessus de 120° C, un changement à peine notable de la nuance.

Exemple 5. — On traite 60 parties de chlorure polyvinyle, 40 parties d'un polymérisé mixte obtenu à partir de 80 parties de chlorure polyvinyle et 20 parties de l'ester méthylique de l'acide polyacrylique, 0,7 partie de dihydrazide de l'acide sébacique et 0,65 partie d'acide phtalique pendant peu de temps dans un broyeur à boulets. La gélatinisation ou l'homogénéisation du mélange a lieu à environ 120-130° C sur le cylindre mélangeur. La nappe est incolore ou bien de couleur claire. Lors du pressage chaud sur la presse, il forme des pièces pressées qui se distinguent par une couleur claire et par une bonne transparence.

Pour préparer des masses analogues au caoutchouc mou, on peut opérer aussi dans les exemples précédents avec l'addition d'un amollissant, tel que le phosphate de tricrésyle, dont la quantité varie entre 20 et 120 %, calculée sur la quantité du polymérisé.

Avec les masses amollies, on obtient également des pièces façonnées de couleur claire et de bonne transparence.

RÉSUMÉ.

La présente invention a pour objet :

Un procédé pour la production de masses moulées à partir de produits à poids moléculaire élevé contenant de l'halogène par traitement à chaud et sous pression, caractérisé en ce qu'on opère en présence de petites quantités d'hydrazines mono- ou diacylées ainsi que, le cas échéant, en présence de composés contenant des groupes d'oxyde d'éthylène et/ou de solubilisants.

Société dite :

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESellschaft.

Par procuration :

Cabinet J. BONNET-THIRION.